

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-154359

(43)Date of publication of application : 06.06.2000

(51)Int.Cl.

C09J163/00

(21)Application number : 10-329440

(71)Applicant : SEKISUI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 19.11.1998

(72)Inventor : NAKAJIMA JUNICHIRO

(54) INJECTING AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a two-pack mixing type, normal temperature curable injection agent having a low viscosity, a proper pot life and good in operability by consisting of A agent containing a specified epoxy resin and B agent containing a heterocyclic diamine or the like.

SOLUTION: This injection agent is obtained by including (A) A agent including (i) a bisphenol-type epoxy resin and (ii), if necessary, a reactive diluent at a weight ratio $i/ii=(10:1)$ to $(7:3)$ and (B) a B agent including (iii) a heterocyclic diamine and (iv) polyamide amine at a weight ratio $iii/v=(1:4)$ to $(4:1)$ preferably $(3:7)$ to $(7:3)$. The mixing amount of the component B is preferably 20-80 pts.wt. per 100 pts.wt. component A. The component i is preferably bisphenol-A epoxy resin and the component ii is preferably an alkylmonoglycidyl ether, an alkyldiglycidyl ether or the like.

*** NOTICES ***

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1]Contain bisphenol type epoxy resin or bisphenol type epoxy resin, and reactive diluent, and a content ratio of the above-mentioned bisphenol type epoxy resin and reactive diluent by a weight ratio. Contain A agent which are bisphenol-type-epoxy-resin/reactive diluent =10 / 0 - 7/3, and heterocycle-like diamine and polyamide amine, and a content ratio of the above-mentioned heterocycle-like diamine and polyamide amine by a weight ratio. Infusion comprising a B agent which are heterocycle-like diamine / polyamide amine =1 / 4 - 4/1.

[Claim 2]The infusion according to claim 1, wherein a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections is 20 to 80 weight section.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the room-temperature-setting nature epoxy resin system infusion of 2 liquid hybrid model.

[0002]

[Description of the Prior Art] Bridge pier reinforcement work of a highway bridge, 25tangent-line measure reinforcement work of the RC floor slab, etc. are advanced by the nationwide scale after the Great Hanshin Earthquake. It is poured in and filled up with epoxy resin system infusion, and the construction method pasted up and fixed is firmly mentioned to the above-mentioned gap with the steel plate fixed by providing a several millimeters gap between the existing concrete building frames as an example of representation of these reinforcing construction methods in concrete building frame and a steel plate.

[0003] It is hypoviscosity, and it has suitable working life (pot life), and workability is good, and is excellent in hardenability also under low temperature, and the epoxy resin system infusion used for the above-mentioned construction method is required after hardening to demonstrate the outstanding adhesive strength, a mechanical strength, etc.

[0004] As one example of the hardening agent for giving low-temperature fast curability to such epoxy resin system infusion, for example in JP,63-63716,A. "The low-temperature fast curability epoxy resin hardener in which the viscosity of 25 ** contains the polymercaptan produced by making hydrogen sulfide act on the glycidyl amine derived from the glycidyl ether derived from polyhydric alcohol of 200 or less ps or aromatic amine" is indicated.

[0005] However, in the presentation using a mercaptan system hardening agent which is in the above-mentioned indication, since a mercaptan system hardening agent is fast curability, there is a problem that the problem that working life becomes short and workability worsens, the adhesive strength after hardening, a mechanical strength, etc. are low.

[0006] Although using heterocycle-like diamine as a hardening agent of an epoxy resin is also performed, In the presentation which uses a heterocycle-like diamine system hardening agent independently, there is a problem that the adhesive property over various adherends, such as the problem or concrete building frame of a hardened material that things and a hardened material with large contraction are vulnerable, and tough nature is missing, and a steel plate, is not good.

[0007] Although using aromatic amine as a hardening agent of an epoxy resin is also performed, there is a problem that the presentation which uses an aromatic amine system hardening agent independently is not enough as adhesive strength, a mechanical strength, etc. after that the standup of a cure rate is late or hardening.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] In order that this invention may solve the above-mentioned conventional problem, it has suitable working life by hypoviscosity, and its workability is good, And it excels also in the hardenability under low temperature, and after hardening makes it SUBJECT to provide the room-temperature-setting nature epoxy resin system infusion of 2 liquid hybrid model which demonstrates the outstanding adhesive strength to various adherends,

the outstanding mechanical strength, flexibility, etc.

[0009]

[Means for Solving the Problem] Infusion by the invention (it is hereafter described as "the 1st invention") according to claim 1, Contains bisphenol type epoxy resin or bisphenol type epoxy resin, and reactive diluent, and a content ratio of the above-mentioned bisphenol type epoxy resin and reactive diluent by a weight ratio. Contains A agent which are bisphenol-type-epoxy-resin/reactive diluent = 10 / 0 - 7/3, and heterocycle-like diamine and polyamide amine, and a content ratio of the above-mentioned heterocycle-like diamine and polyamide amine by a weight ratio. It comprises a B agent which are heterocycle-like diamine / polyamide amine = 1 / 4 - 4/1.

[0010] In infusion by the 1st invention of the above, infusion by the invention (it is hereafter described as "the 2nd invention") according to claim 2 is characterized by a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections being 20 to 80 weight section.

[0011] Bisphenol type epoxy resin contained as the main ingredients in A agent of infusion by the 1st invention means a compound which is produced by making a bisphenol and epichlorohydrin react and which has a bisphenol skeleton in a main chain and has an epoxy group in an end and/or a side chain of a molecule.

[0012] As the above-mentioned bisphenol type epoxy resin, Although not limited in particular, for example Bisphenol A, the bisphenol F. Although a bisphenol A type epoxy resin and bisphenol F type epoxy resin which are produced by making bisphenol A D etc. and epichlorohydrin react, bisphenol A D type epoxy resins, these hydrogenation things, etc. are mentioned and it is used suitably, A bisphenol A type epoxy resin with good balance of performance and cost is used more suitably especially.

[0013] As an example of the above-mentioned bisphenol type epoxy resin, although it is not what is limited especially -- "Epicoat 800 series" (above), such as a trade name "Epicoat 806, 807, 815, 827, and 828" Oil recovery shell epoxy company make, a trade name "the EPO mix R139 and R140" (above, Mitsui Petrochemical Industries, Ltd. make), a trade name "Araldite GY-250, GY-260" (above, Ciba-Geigy Japan make), etc. are mentioned, and it is used suitably.

[0014] The above-mentioned bisphenol type epoxy resin may be used independently, and two or more kinds may be used together.

[0015] As for especially the above-mentioned bisphenol type epoxy resin, although the viscosity is not limited, it is preferred that it is 2 - 15 Pa·s (25 **). When reactive diluent which will be later mentioned in order for pouring / restoration nature to a gap between adherends to worsen and to prevent this if viscosity of bisphenol type epoxy resin exceeds 15 Pa·s (25 **) is used so much, adhesive strength, a mechanical strength, etc. of a hardened material of infusion may fall.

[0016] In A agent of infusion by the 1st invention, in order to adjust viscosity of an epoxy resin, and the post cure properties of infusion, reactive diluent may contain.

[0017] Especially as reactive diluent which may be contained in A agent, although not limited, alkyl monoglycidyl ether, alkylene diglycidyl ether, etc. are mentioned, and it is used suitably, for example.

[0018] Especially as an example of the above-mentioned reactive diluent, although not limited, For example, "YED series" (above), such as a trade name (YED111, and "116, 122, 205, 216") Although "DENAKORU EX series" (above, the Nagase Brothers Chemical Industry company make) etc., such as oil recovery shell epoxy company make and a trade name "DENAKORU EX-111, EX-121, EX-141, EX-146, EX-211, EX-212", is mentioned and it is used suitably, inside -- for example, 1 and 6-hexanediol diglycidyl ether (for example, trade name "SR-16H" Sakamoto medicine company make) -- reactive diluent [like] of two or more organic functions is used more suitably.

[0019] The above-mentioned reactive diluent may be used independently and two or more kinds may be used together.

[0020] In A agent of infusion by the 1st invention, it is required for a content ratio of said bisphenol type epoxy resin and the above-mentioned reactive diluent to be a weight ratio, and to be bisphenol-type-epoxy-resin/reactive diluent = 10 / 0 - 7/3.

[0021] Adhesive strength, a mechanical strength, etc. of a hardened material of infusion fall that

the above-mentioned bisphenol type epoxy resin/reactive diluent are less than 7/3 in a weight ratio.

[0022]In A agent of infusion by the 1st invention, in addition to bisphenol type epoxy resin which is an essential ingredient, and reactive diluent which may be contained, One sort of various additive agents, such as a nonresponsive diluent, a softener, a plasticizer, a surface-active agent, an adhesive grant agent, a coupling agent, a bulking agent, colorant, stabilizer, an antioxidant, an ultraviolet ray absorbent, and a defoaming agent, or two sorts or more may contain if needed in the range which does not check the SUBJECT achievement of this invention.

[0023]A manufacturing method of A agent of infusion by the 1st invention, Not a special thing but a stirring mixer with an omnipotent mixer, a kneader, etc. conventionally publicly known for example, is used, Desired A agent can be obtained by carrying out stirring mixing of one sort or two sorts or more of every place fixed quantity of the specified quantity of bisphenol type epoxy resin which is an essential ingredient, the specified quantity of reactive diluent which may be made to contain, and the various above-mentioned additive agents made to contain if needed uniformly.

[0024]Heterocycle-like diamine and polyamide amine are contained, a content ratio of the above-mentioned heterocycle-like diamine and polyamide amine is a weight ratio, and B agents of infusion by the 1st invention are heterocycle-like diamine / polyamide amine = 1 / 4 - 4/1.

[0025]Polyamide amine which contains heterocycle-like diamine contained in the above-mentioned B agent in order to give a mechanical strength which was mainly excellent in a hardened material of infusion, and is contained in the above-mentioned B agent mainly suppresses the brittleness of a hardened material of infusion, and it contains it in order to give flexibility excellent in a hardened material.

[0026]Especially as the above-mentioned heterocycle-like diamine, although not limited, the "EPO mate" series (above, oil recovery shell epoxy company make), such as a trade name "EPO mate LX-3S, LX-3W, N001, N002, RD1", etc. are mentioned, and it is used suitably, for example.

[0027]The above-mentioned heterocycle-like diamine may be used independently and two or more kinds may be used together.

[0028]Polyamide amine contained in B agent is a resultant of carboxylic acid of composition like dimer acid, or natural fat acid, and ethylene amine like polyethylene polyamine, and, as for these, various things are obtained by a kind, a reaction condition, etc. of a raw material.

[0029]Especially as an example of the above-mentioned polyamide amine, although not limited, For example, "lacquer enamel MAIDO" series, such as a trade name "lacquer enamel MAIDO EA-230, TD-950" (above) "The Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make and a trade name Toe MAIDO 235A and 235R, "Toe MAIDO" series, such as 241, 245, and 2461" (above, the Fuji Chemical Industry company make), "Anchor MAIDO" series (above, ACI Japan Limited, Inc. make), such as a trade name "anchor MAIDO 375A, 400, and 506", a trade name "ACR hardener H4510" (made by Asahi Denka Kogyo K.K.), etc. are mentioned, and it is used suitably.

[0030]The above-mentioned polyamide amine may be used independently and two or more kinds may be used together.

[0031]In B agent of infusion by the 1st invention, it is required for a content ratio of said heterocycle-like diamine and the above-mentioned polyamide amine to be a weight ratio, and to be heterocycle-like diamine / polyamide amine = 1 / 4 - 4/1, and it is 3 / 7 - 7/3 preferably.

[0032]If adhesive strength, a mechanical strength, etc. of a hardened material of infusion become it low that the above-mentioned heterocycle-like diamine / polyamide amine are less than 1/4 in a weight ratio and heterocycle-like diamine / polyamide amine exceeds 4/1 by a weight ratio conversely, working life of infusion will become short and workability will worsen.

[0033]In B agent of infusion by the 1st invention, in addition to heterocycle-like diamine and polyamide amine which are essential ingredients, In the range which does not check the SUBJECT achievement of this invention, if needed Hardening agents other than heterocycle-like diamine and polyamide amine, One sort of various additive agents, such as a hardening accelerator, a softener, a plasticizer, a surface-active agent, an adhesive grant agent, a coupling agent, a bulking agent, colorant, stabilizer, an antioxidant, an ultraviolet ray absorbent, and a

defoaming agent, or two sorts or more may contain.

[0034]A manufacturing method of B agent of infusion by the 1st invention, Not a special thing but a stirring mixer with an omnipotent mixer, a kneader, etc. conventionally publicly known for example, is used, Desired B agent can be obtained by carrying out stirring mixing of one sort or two sorts or more of every place fixed quantity of the specified quantity of heterocycle-like diamine which is an essential ingredient, the specified quantity of polyamide amine which is similarly an essential ingredient, and the various above-mentioned additive agents made to contain if needed uniformly.

[0035]In infusion by the 1st invention, although the mixing ratio in particular of A agent and B agent is not limited, it is preferred that a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections is 20 to 80 weight section.

[0036]If a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections is less than 20 weight sections, When infusion may not fully harden and a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections exceeds 80 weight sections conversely, superfluous B agent (hardening agent) may act in plasticizer, and adhesive strength, a mechanical strength, etc. of a hardened material of infusion may fall.

[0037]What is necessary is to just be poured in and filled up with them in a gap which should pour in a covering structure using a perfusion pump, after the directions for infusion by the 1st invention are not special, supply the specified quantity of A agent, and the specified quantity of B agent to a publicly known stirring mixer conventionally and carry out stirring mixing uniformly. In this case, if a mixed amount per time of A agent and B agent increases especially, since working life becomes short, it is preferred [it is preferred to be promptly poured in and filled up in working life, since a mixture of A agent and B agent has a limitation to working life, and / working life] indeed to be poured in and filled up as soon as possible. Since it is easy to mix air bubbles into infusion at the time of mixed work and injection work and easy to cause a fall of adhesive strength of a hardened material, a mechanical strength, etc. as a result, it is preferred to take a working method which can suppress mixing of air bubbles as much as possible.

[0038]Next, in infusion by the 1st invention mentioned above, infusion by the 2nd invention is characterized by a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections being 20 to 80 weight section, and is 30 to 70 weight section preferably.

[0039]If a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections is less than 20 weight sections, Since the equivalent of heterocycle-like diamine and polyamide amine to the equivalent of bisphenol type epoxy resin or the equivalent of bisphenol type epoxy resin and reactive diluent will be in an insufficient state and hardening of infusion does not fully advance, desired adhesive strength, a mechanical strength, etc. cannot be obtained.

[0040]Conversely, if a mixed amount of B agent to A agent 100 weight sections exceeds 80 weight sections, The equivalent of heterocycle-like diamine and polyamide amine to the equivalent of bisphenol type epoxy resin or the equivalent of bisphenol type epoxy resin and reactive diluent will be in a superfluous state, superfluous B agent acts in plasticizer, and adhesive strength, a mechanical strength, etc. of a hardened material of infusion fall on the contrary.

[0041]Infusion by the 1st invention and the 2nd invention (it is hereafter described as "this invention") may be used as adhesives, a lining agent, a coating agent, etc. not only as infusion.

[0042]

[Function]Since it is specified that it comprises an A agent of a specific presentation, and a B agent of a specific presentation, and becomes a range with the specific mixing ratio of the above-mentioned A agent and B agent, the infusion by this invention has suitable working life by hypoviscosity, and its workability is good and excellent also in the hardenability under low temperature.

[0043]Since heterocycle-like diamine of a specific amount and polyamide amine of a specific amount come to contain B agent of the infusion by this invention, the infusion after hardening demonstrates the outstanding adhesive strength to various adherends, an outstanding mechanical strength, flexibility, etc.

[0044]

[Embodiment of the Invention] In order to explain this invention in more detail, an example is given to below, but this invention is not limited only to these examples. Examples 1-5 and the comparative examples 1-5 assume the infusion for winter in Examples 6-10 and the comparative examples 6-10 supposing the infusion for spring-and-summer autumn. The "part" in an example means a "weight section."

[0045](Example 1)

[0046](1) as the manufacture bisphenol type epoxy resin of infusion — a bisphenol A type epoxy resin (a trade name "Epicoat 828".) Stirring mixing of 15 copies of 1 and 6-hexanediol diglycidyl ether (made by a trade name "SR-16H" Sakamoto medicine company) was uniformly carried out by the omnipotent mixer as oil recovery shell epoxy company make 85 copy and reactive diluent, and A agent of infusion was obtained.

[0047] Stirring mixing of the trade name "lacquer enamel MAIDO EA-230" (made by Dainippon Ink & Chemicals, Inc.) 35 copy was uniformly carried out by the omnipotent mixer as heterocycle-like diamine as trade name "EPO mate LX-3S" (made by oil recovery shell epoxy company) 15 copy, and polyamide amine, and B agent of infusion was obtained.

[0048](2) The following methods estimated the performance (** viscosity, ** working life, ** compressive strength, ** tension shearing adhesive strength, ** Charpy impact strength) of the infusion obtained by the evaluation above. The result was as being shown in Table 1. As a valuation basis, the "epoxy resin quality-verification-testing value of standard" shown in Table 4 was applied based on the "epoxy resin construction standard for repair" of the Metropolitan Expressway Public Corporation which shows in Table 3.

[0049]** Viscosity : after mixing A agent and B agent uniformly with 2/1 (weight ratio) of the mixing ratio, viscosity was promptly measured with BH type rotation viscometer, and viscosity was evaluated in accordance with the following judging standard.

[Judging standard]

O 3000 cps or less O 3000-5000 cpsx Not less than 5000 cps [0050]** Working life : after mixing A agent and B agent uniformly with 2/1 (weight ratio) of the mixing ratio, the temperature which changes with time was measured and the time-temperature curve (hardening exothermic curve) was obtained. In this curve, time until a standup with rapid exothermic temperature starts was found, and it was considered as working life (minute) as of 70% of that time. However, when time until a standup with rapid exothermic temperature starts was not clear, it was considered as working life as of 50% of time until it reaches peak exothermic temperature.

[0051]** Compressive strength : after mixing A agent and B agent uniformly with 2/1 (weight ratio) of the mixing ratio, the specimen was produced based on JIS K-6911 "the thermosetting plastic commercial-test method", and compressive strength (kgf/cm^2) was measured. However, shape of the specimen was used as one-side a 20×0.5 -mm cube.

[0052]** Tensile shearing adhesive strength : after mixing A agent and B agent uniformly with 2/1 (weight ratio) of the mixing ratio, the specimen was produced based on JIS K-6850 "the connecting-and-disconnecting arrival strength test method which adhesives do not *****", and hauling shearing adhesive strength (kgf/cm^2) was measured. However, it pasted up and the specimen produced the both ends of two cold rolled steel plates (1.6 mm in thickness, 25×0.5 mm in width, and 125×0.5 mm in length) specified to JIS G-3141 so that it might be set to adhesion 12.5×0.5 mm in length.

[0053]** Charpy impact strength : after mixing A agent and B agent uniformly with 2/1 (weight ratio) of the mixing ratio, the specimen was produced based on JIS K-6911 and Charpy impact strength (kgf-cm/cm^2) was measured.

[0054](Examples 2-5) It reaches (comparative examples 1-3).

Infusion was obtained like Example 1 except having considered A agent and B agent as the combination presentation shown in Table 1.

[0055](Comparative example 4) The combination presentation of B agent was made into 50 copies of heterocycle-like diamine (made by the trade name "EPO mate N001" oil recovery shell epoxy company), and infusion was obtained like Example 1 except not having made polyamide amine contain.

[0056](Comparative example 5) The combination presentation of B agent was made into 50 copies of aromatic modified amines (made in trade name "Ancamine LOS" ACI-Japan), and infusion was obtained like Example 1 except not having made heterocycle-like diamine and polyamide amine contain.

[0057]The performance (** viscosity, ** working life, ** compressive strength, ** tension shearing adhesive strength, ** Charpy impact strength) of nine kinds of infusion obtained by Examples 2-5 and the comparative examples 1-5 was evaluated like the case of Example 1. The result was as being shown in Table 1.

[0058]

[Table 1]

(配合単位：重量部)

			実 施 例					比 較 例				
			1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
注 入 剤 の 配 合 組 成	A	エピコート 828	85	85	85	80	100	60	85	85	85	85
		SR-16H	15	15	15	20		40	15	15	15	15
	B	エポメート LX-3S	15	20	25	20	20	20	45	5		
		エポメート N001									50	
		ラッカマイド EA-230	35	30	25	30	30	30	5	45		
		アンカミン LOS										50
評 価 結 果	粘度		◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	◎	◎
	可使時間(分)		130	120	100	120	100	140	50	150	180	800
	圧縮強度(kgf/cm ²)		850	900	910	830	920	650	1050	510	800	500
	引張剪断接着強度(kgf/cm ²)		200	200	180	170	180	130	200	130	150	150
	シャルピー衝撃強度(kgf・cm/cm ²)		4.2	4.5	4.8	4.3	4.4	2.2	4.2	2.7	2.6	2.1

(注) -1 エピコート 828：ビスフェノール A 型エポキシ樹脂(油化シェルエポキシ社製)

(注) -2 SR-16H：反応性希釈剤(1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、坂本薬品社製)

(注) -3 エポメート LX-3S：複素環状ジアミン(油化シェルエポキシ社製)

(注) -4 エポメート N001：複素環状ジアミン(油化シェルエポキシ社製)

(注) -5 ラッカマイド EA-230：ポリアミドアミン(大日本インキ化学工業社製)

(注) -6 アンカミン LOS：芳香族活性アミン(ACI ジャパンリミテッド社製)

[0059]Its viscosity was low, and since the infusion of Examples 1-5 by this invention had suitable working life, workability was good [infusion] so that clearly from Table 1. The hardened material is excellent in both compressive strength tensile shearing adhesive strength and Charpy impact strength, and demonstrated the outstanding properties balance.

[0060]on the other hand, the infusion of the comparative example 1 whose content ratio of bisphenol type epoxy resin and reactive diluent in A agent was less than 7/3 (weight ratio) — both the compressive strength of a hardened material tensile shear strength and Charpy impact strength — although — it was low.

[0061]The infusion of the comparative example 2 in which the content ratio of heterocycle-like diamine and polyamide amine in B agent was over 4/1 (weight ratio) had short working life, and its workability was bad. conversely, the infusion of the comparative example 3 whose content ratio of heterocycle-like diamine and polyamide amine in B agent was less than 1/4 (weight ratio) — both the compressive strength of a hardened material tensile shearing adhesive strength and Charpy impact strength — although — it was low.

[0062]The infusion of the comparative example 4 which made only heterocycle-like diamine contain in B agent, and did not make polyamide amine contain, And each infusion of the comparative example 5 which did not make heterocycle-like diamine or polyamide amine contain in B agent, either, but made only aromatic modified amine contain had low compressive strength and Charpy impact strength of the hardened material, and its tensile shearing adhesive strength was also a little low.

[0063](Example 6) Stirring mixing of the "SR-16H" 15 copy was uniformly carried out by the omnipotent mixer as "Epicoat 828" 85 copy and reactive diluent as bisphenol type epoxy resin.

and A agent of infusion was obtained. Stirring mixing of the trade name "lacquer enamel MAIDO TD-950" (made by Dainippon Ink & Chemicals, Inc.) 35 copy was uniformly carried out by the omnipotent mixer as heterocycle-like diamine as trade name "EPO mate LX-3W" (made by oil recovery shell epoxy company) 15 copy, and polyamide amine, and B agent of infusion was obtained.

[0064](Examples 7-10) It reaches (comparative examples 6-8).

Infusion was obtained like Example 6 except having considered A agent and B agent as the combination presentation shown in Table 2.

[0065](Comparative example 9) The combination presentation of B agent was made into 50 copies of mercaptan tertiary amine (made by a trade name "KAPUKYUAWR6" oil-recovery shell epoxy company), and infusion was obtained like Example 6 except not having made heterocycle-like diamine and polyamide amine contain.

[0066](Comparative example 10) The combination presentation of B agent was made into 50 copies of aromatic modified amines (made by the trade name "Ancamine LV" ACI Japan Limited, Inc.), and infusion was obtained like Example 6 except not having made heterocycle-like diamine and polyamide amine contain.

[0067]The performance (** viscosity, ** working life, ** compressive strength, ** tension shearing adhesive strength, ** Charpy impact strength) of ten kinds of infusion obtained by Examples 6-10 and the comparative examples 6-10 was evaluated like the case of Example 1. The result was as being shown in Table 2.

[0068]

[Table 2]

(配合単位：重量部)

			実 施 例					比 較 例				
			6	7	8	9	10	8	7	8	9	10
注 入 剤 の 配 合 組 成	A	エポコート828	85	85	85	80	100	60	85	85	85	85
		SR-16H	15	15	15	20		40	15	15	15	15
	B	エポメートLX-3W	15	20	25	20	20	20	45	5		
		ラッカマイトTD-950	35	30	25	30	30	30	5	45		
		アンカミンLV										50
		カプキユーア-WR6									50	
評 価 結 果	粘度		◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	×	◎
	可使時間(分)		170	150	110	130	110	180	60	200	5	85
	圧縮強度(kgf/cm ²)		910	940	960	850	1000	880	1100	650	350	640
	引張剪断接着強度(kgf/cm ²)		180	180	190	170	190	130	190	140	140	140
	シャルピー衝撃強度(kgf・cm/cm ²)		7.6	8.7	8.8	7.5	8.8	4.2	8.8	4.1	2.8	3.0

(注) -1 エポコート828:ビスフェノールA型エポキシ樹脂(油化シェルエポキシ社製)

(注) -2 SR-16H:反応性希釈剤(1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、坂本薬品社製)

(注) -3 エポメートLX-3W:複素環状ジアミン(油化シェルエポキシ社製)

(注) -4 ラッカマイトTD-950:ポリアミドアミン(大日本インキ化学工業社製)

(注) -5 アンカミンLV:芳香族性アミン(ACIジャパンリミテッド社製)

(注) -6 カプキユーア-WR6:メルカプタン8級アミン(油化シェルエポキシ社製)

[0069]Its viscosity was low, and since the infusion of Examples 6-10 by this invention had suitable working life, workability was good [infusion] so that clearly from Table 2. The hardened material is excellent in both compressive strength tensile shear strength and Charpy impact strength, and demonstrated the outstanding properties balance.

[0070]On the other hand, the infusion of the comparative example 6 whose content ratio of bisphenol type epoxy resin and reactive diluent in A agent was less than 7/3 (weight ratio) had low compressive strength and tensile shearing adhesive strength of the hardened material.

[0071]The infusion of the comparative example 7 in which the content ratio of heterocycle-like diamine and polyamide amine in B agent was over 4/1 (weight ratio) had short working life, and

its workability was bad. Conversely, the infusion of the comparative example 8 whose content ratio of heterocycle-like diamine and polyamide amine in B agent was less than 1/4 (weight ratio) had low compressive strength and tensile shearing adhesive strength of the hardened material. [0072] All the performances (** viscosity, ** working life, ** compressive strength, ** tension shearing adhesive strength, ** Charpy impact strength) of the infusion of the comparative example 9 which did not make heterocycle-like diamine or polyamide amine contain in B agent, either, but made only mercaptan tertiary amine contain were bad. The infusion of the comparative example 10 which did not make heterocycle-like diamine or polyamide amine contain in B agent, either, but made only aromatic modified amine contain had low compressive strength and tensile shear strength of the hardened material, and working life and Charpy impact strength were also a little inferior in it.

[0073]

[Table 3]

評価項目	春夏秋冬用		冬用	
	硬化条件	測定温度	硬化条件	測定温度
粘度	—	20℃	—	5℃
可硬化時間	—	20℃	—	10℃
圧縮強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃
引張剪断接着強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃
衝撃強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃

[0074]

[Table 4]

評価項目	春夏秋冬用	冬用
粘度	4000cp以下(20℃)	4000cp以下(5℃)
可硬化時間	80分以上(20℃)	80分以上(10℃)
圧縮強度	800kgf/cm ² 以上(20℃)	800kgf/cm ² 以上(20℃) 700kgf/cm ² 以上(5℃)
引張剪断接着強度	150kgf/cm ² 以上(20℃)	150kgf/cm ² 以上(20℃) 130kgf/cm ² 以上(5℃)
衝撃強度	3.0kgf/cm ² 以上(20℃)	3.0kgf/cm ² 以上(20℃) 2.0kgf/cm ² 以上(5℃)

[0075]

[Effect of the Invention] As stated above, since the infusion by this invention has suitable working life by hypoviscosity, its workability is good. And since it excels also in the hardenability under low temperature and after hardening demonstrates the outstanding adhesive strength to various adherends, an outstanding mechanical strength, flexibility, etc., it is used suitably for a various application as adhesives, a lining agent, a coating agent, etc. including the infusion for civil engineering and construction.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-154359

(P2000-154359A)

(43)公開日 平成12年6月6日(2000.6.6)

(51)Int.Cl.⁷
C 0 9 J 163/00

識別記号

F I
C 0 9 J 163/00

テーマコード(参考)
4 J 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平10-329440

(22)出願日 平成10年11月19日(1998.11.19)

(71)出願人 000002174

積水化学工業株式会社

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 中島 潤一郎

滋賀県甲賀郡水口町泉1259 積水化学工業
株式会社内

Fターム(参考) 4J040 EC061 EC222 EG022 HC23

JA13 JB11 KA16 LA01 LA05

LA06 LA11 MA03 MA06 NA12

(54)【発明の名称】 注入剤

(57)【要約】

【課題】 低粘度で適切な可使時間を有して作業性が良好であり、且つ、低温下での硬化性にも優れ、硬化後は各種被着体に対する優れた接着力や優れた機械的強度、可撓性等を発揮する2液混合型の常温硬化性エポキシ樹脂系注入剤を提供することを課題とする。

【解決手段】 ビスフェノール型エポキシ樹脂又はビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤とを含有してなり、上記ビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との含有比が、重量比で、ビスフェノール型エポキシ樹脂/反応性希釈剤=10/0~7/3であるA剤と、複素環状ジアミンとポリアミドアミンとを含有してなり、上記複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が、重量比で、複素環状ジアミン/ポリアミドアミン=1/4~4/1であるB剤とから構成されることを特徴とする注入剤、及び、上記A剤100重量部に対する上記B剤の混合量が20~80重量部であることを特徴とする注入剤。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ビスフェノール型エポキシ樹脂又はビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤とを含有してなり、上記ビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との含有比が、重量比で、ビスフェノール型エポキシ樹脂／反応性希釈剤＝10／0～7／3であるA剤と、複素環状ジアミンとポリアミドアミンとを含有してなり、上記複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が、重量比で、複素環状ジアミン／ポリアミドアミン＝1／4～4／1であるB剤とから構成されることを特徴とする注入剤。

【請求項2】 A剤100重量部に対するB剤の混合量が20～80重量部であることを特徴とする請求項1に記載の注入剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、2液混合型の常温硬化性エポキシ樹脂系注入剤に関する。

【0002】

【従来の技術】 阪神大震災以降、道路橋の橋脚補強工事やRC床版の25TL対策補強工事等が全国規模で進められている。これらの補強工法の代表例として、既存コンクリート躯体との間に数ミリの間隙を設けて固定された鋼板との上記間隙にエポキシ樹脂系注入剤を注入・充填し、コンクリート躯体と鋼板とを強固に接着・固定する工法が挙げられる。

【0003】 上記工法に使用されるエポキシ樹脂系注入剤には、低粘度であり、適切な可使時間（ポットライフ）を有していて作業性が良く、低温下でも硬化性に優れ、硬化後は優れた接着力や機械的強度等を発揮することが要求されている。

【0004】 このようなエポキシ樹脂系注入剤に低温速硬化性を付与するための硬化剤の1例として、例えば、特開昭63-63716号公報では、「25℃の粘度が、200ps以下の多価アルコールから誘導されるグリシジルエーテル又は芳香族アミンから誘導されるグリシジリアミンに、硫化水素を作用させて得られるポリメルカプタンを含有してなる、低温速硬化性エポキシ樹脂硬化剤」が開示されている。

【0005】 しかし、上記開示にあるようなメルカプタン系硬化剤を用いる組成では、メルカプタン系硬化剤が速硬化性であるため可使時間が短くなって作業性が悪くなるという問題点や硬化後の接着力や機械的強度等が低いという問題点がある。

【0006】 又、エポキシ樹脂の硬化剤として複素環状ジアミンを用いることも行われているが、複素環状ジアミン系硬化剤を単独で用いる組成では、硬化物の収縮が大きいことや硬化物が脆弱で強靱性に欠けるという問題点やコンクリート躯体や鋼板等の各種被着体に対する接着性が良くないという問題点がある。

【0007】 さらに、エポキシ樹脂の硬化剤として芳香族アミンを用いることも行われているが、芳香族アミン系硬化剤を単独で用いる組成では、硬化速度の立ち上がりが遅いことや硬化後の接着力や機械的強度等が十分でないという問題点がある。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記従来の問題点を解決するため、低粘度で適切な可使時間を有していて作業性が良好であり、且つ、低温下での硬化性にも優れ、硬化後は各種被着体に対する優れた接着力、優れた機械的強度や可撓性等を発揮する2液混合型の常温硬化性エポキシ樹脂系注入剤を提供することを課題とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】 請求項1に記載の発明（以下、「第1発明」と記す）による注入剤は、ビスフェノール型エポキシ樹脂又はビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤とを含有してなり、上記ビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との含有比が、重量比で、ビスフェノール型エポキシ樹脂／反応性希釈剤＝10／0～7／3であるA剤と、複素環状ジアミンとポリアミドアミンとを含有してなり、上記複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が、重量比で、複素環状ジアミン／ポリアミドアミン＝1／4～4／1であるB剤とから構成されることを特徴とする。

【0010】 又、請求項2に記載の発明（以下、「第2発明」と記す）による注入剤は、上記第1発明による注入剤において、A剤100重量部に対するB剤の混合量が20～80重量部であることを特徴とする。

【0011】 第1発明による注入剤のA剤中に主成分として含有されるビスフェノール型エポキシ樹脂とは、ビスフェノールと例えばエピクロロヒドリンとを反応させて得られる、主鎖にビスフェノール骨格を有し、分子の末端及び／又は側鎖にエポキシ基を有する化合物を言う。

【0012】 上記ビスフェノール型エポキシ樹脂としては、特に限定されるものではないが、例えば、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールAD等と例えばエピクロロヒドリンとを反応させて得られるビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールAD型エポキシ樹脂並びにこれらの水素添加物等が挙げられ、好適に用いられるが、なかでも性能とコストのバランスが良好なビスフェノールA型エポキシ樹脂がより好適に用いられる。

【0013】 上記ビスフェノール型エポキシ樹脂の具体例としては、特に限定されるものではないが、例えば、商品名「エピコート806、807、815、827、828」等の「エピコート800シリーズ」（以上、油化シェルエポキシ社製）、商品名「エボミックスR139、R140」（以上、三井石油化学工業社製）、商品

名「アララタイトGY-250、GY-260」（以上、日本チバガイギー社製）等が挙げられ、好適に用いられる。

【0014】上記ビスフェノール型エポキシ樹脂は、単独で用いられても良いし、2種類以上が併用されても良い。

【0015】又、上記ビスフェノール型エポキシ樹脂は、その粘度が、特に限定されるものではないが、 $2 \sim 15 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (25°C) であることが好ましい。ビスフェノール型エポキシ樹脂の粘度が $15 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ (25°C) を超えると、被着体間の間隙への注入・充填性が悪くなることもあり、これを防止するために後述する反応性希釈剤を多量に使用すると、注入剤の硬化物の接着力や機械的強度等が低下することがある。

【0016】第1発明による注入剤のA剤中には、エポキシ樹脂の粘度や注入剤の硬化後物性を調整するために、反応性希釈剤が含有されていても良い。

【0017】A剤中に含有されても良い反応性希釈剤としては、特に限定されるものではないが、例えば、アルキルモノグリシジルエーテルやアルキレンジグリシジルエーテル等が挙げられ、好適に用いられる。

【0018】上記反応性希釈剤の具体例としては、特に限定されるものではないが、例えば、商品名「YED111、116、122、205、216」等の「YEDシリーズ」（以上、油化シェルエポキシ社製）、商品名「デナコールEX-111、EX-121、EX-141、EX-146、EX-211、EX-212」等の「デナコールEXシリーズ」（以上、ナガセ化成工業社製）等が挙げられ、好適に用いられるが、なかでも例えば1、6-ヘキサジエーテルジグリシジルエーテル（例えば、商品名「SR-16H」、坂本薬品社製）のような2官能以上の反応性希釈剤がより好適に用いられる。

【0019】上記反応性希釈剤は、単独で用いられても良いし、2種類以上が併用されても良い。

【0020】第1発明による注入剤のA剤においては、前記ビスフェノール型エポキシ樹脂と上記反応性希釈剤との含有比が、重量比で、ビスフェノール型エポキシ樹脂/反応性希釈剤 $=10/0 \sim 7/3$ であることが必要である。

【0021】上記ビスフェノール型エポキシ樹脂/反応性希釈剤が重量比で $7/3$ 未満であると、注入剤の硬化物の接着力や機械的強度等が低下する。

【0022】第1発明による注入剤のA剤中には、必須成分であるビスフェノール型エポキシ樹脂及び含有されていても良い反応性希釈剤以外に、本発明の課題達成を阻害しない範囲で必要に応じて、非反応性希釈剤、軟化剤、可塑剤、界面活性剤、接着性付与剤、カップリング剤、充填剤、着色剤、安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、消泡剤等の各種添加剤の1種もしくは2種以上が含有されていても良い。

【0023】又、第1発明による注入剤のA剤の製造方法は、特別なものではなく、例えば、万能ミキサーやニーダー等の従来公知の攪拌混合機を用いて、必須成分であるビスフェノール型エポキシ樹脂の所定量、含有させても良い反応性希釈剤の所定量、及び、必要に応じて含有させる上記各種添加剤の1種もしくは2種以上の各所定量を均一に攪拌混合することにより、所望のA剤を得ることが出来る。

【0024】第1発明による注入剤のB剤は、複素環状ジアミンとポリアミドアミンとを含有してなり、上記複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が、重量比で、複素環状ジアミン/ポリアミドアミン $=1/4 \sim 4/1$ である。

【0025】上記B剤中に含有される複素環状ジアミンは、主として注入剤の硬化物に優れた機械的強度を付与するために含有され、又、上記B剤中に含有されるポリアミドアミンは、主として注入剤の硬化物の脆弱性を抑え、硬化物に優れた可撓性を付与するために含有される。

【0026】上記複素環状ジアミンとしては、特に限定されるものではないが、例えば、商品名「エポメートLX-3S、LX-3W、N001、N002、RD1」等の「エポメート」シリーズ（以上、油化シェルエポキシ社製）等が挙げられ、好適に用いられる。

【0027】上記複素環状ジアミンは、単独で用いられても良いし、2種類以上が併用されても良い。

【0028】又、B剤中に含有されるポリアミドアミンは、ダイマー酸のような合成もしくは天然脂肪酸のカルボン酸とポリエチレンポリアミンのようなエチレンアミンとの反応生成物であり、これらは原料の種類や反応条件等により種々のものが得られる。

【0029】上記ポリアミドアミンの具体例としては、特に限定されるものではないが、例えば、商品名「ラッカマイドEA-230、TD-950」等の「ラッカマイド」シリーズ（以上、大日本インキ化学工業社製）、商品名「トーマイド235A、235R、241、245、2461」等の「トーマイド」シリーズ（以上、富士化成工業社製）、商品名「アンカマイド375A、400、506」等の「アンカマイド」シリーズ（以上、ACIジャパンリミテッド社製）、商品名「ACRハードナーH4510」（旭電化工業社製）等が挙げられ、好適に用いられる。

【0030】上記ポリアミドアミンは、単独で用いられても良いし、2種類以上が併用されても良い。

【0031】第1発明による注入剤のB剤においては、前記複素環状ジアミンと上記ポリアミドアミンとの含有比が、重量比で、複素環状ジアミン/ポリアミドアミン $=1/4 \sim 4/1$ であることが必要であり、好ましくは $3/7 \sim 7/3$ である。

【0032】上記複素環状ジアミン/ポリアミドアミン

が重量比で 1/4 未満であると、注入剤の硬化物の接着力や機械的強度等が低くなり、逆に複素環状ジアミン/ポリアミドアミンが重量比で 4/1 を超えると、注入剤の可使時間が短くなり、作業性が悪くなる。

【0033】第 1 発明による注入剤の B 剤中には、必須成分である複素環状ジアミン及びポリアミドアミン以外に、本発明の課題達成を阻害しない範囲で必要に応じて、複素環状ジアミン及びポリアミドアミン以外の硬化剤、硬化促進剤、軟化剤、可塑剤、界面活性剤、接着性付与剤、カップリング剤、充填剤、着色剤、安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、消泡剤等の各種添加剤の 1 種もしくは 2 種以上が含有されていても良い。

【0034】又、第 1 発明による注入剤の B 剤の製造方法は、特別なものではなく、例えば、万能ミキサーやニーダー等の従来公知の攪拌混合機を用いて、必須成分である複素環状ジアミンの所定量、同じく必須成分であるポリアミドアミンの所定量、及び、必要に応じて含有させる上記各種添加剤の 1 種もしくは 2 種以上の各所定量を均一に攪拌混合することにより、所望の B 剤を得ることが出来る。

【0035】第 1 発明による注入剤において、A 剤と B 剤との混合割合は、特に限定されるものではないが、A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 20～80 重量部であることが好ましい。

【0036】A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 20 重量部未満であると、注入剤が十分に硬化しないことがあり、逆に A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 80 重量部を超えると、過剰の B 剤（硬化剤）が可塑剂的に作用して、注入剤の硬化物の接着力や機械的強度等が低下することがある。

【0037】第 1 発明による注入剤の使用方法は、特別なものではなく、従来公知の攪拌混合機に A 剤の所定量と B 剤の所定量とを投入し、均一に攪拌混合した後、例えば注入ポンプを用いて、被着構造体の注入すべき間隙に注入・充填すれば良い。この場合、A 剤と B 剤との混合物は可使時間に限りがあるので、可使時間内に速やかに注入・充填することが好ましく、特に A 剤と B 剤との一回当たりの混合量が多くなればなるほど可使時間は短くなるので、可及的速やかに注入・充填することが好ましい。又、混合作業時や注入作業時には注入剤中に気泡が混入し易く、その結果、硬化物の接着力や機械的強度等の低下を来し易いので、気泡の混入を極力抑え得る作業方法を採用することが好ましい。

【0038】次に、第 2 発明による注入剤は、上述した第 1 発明による注入剤において、A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 20～80 重量部であることを特徴とし、好ましくは 30～70 重量部である。

【0039】A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 20 重量部未満であると、ビスフェノール型エポキシ樹脂の当量もしくはビスフェノール型エポキシ樹脂と反応

性希釈剤との当量に対する複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの当量が不足の状態となり、注入剤の硬化が十分に進行しないので、所望の接着力や機械的強度等を得られない。

【0040】逆に A 剤 100 重量部に対する B 剤の混合量が 80 重量部を超えると、ビスフェノール型エポキシ樹脂の当量もしくはビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との当量に対する複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの当量が過剰の状態となり、過剰の B 剤が可塑剂的に作用して、注入剤の硬化物の接着力や機械的強度等が却って低下する。

【0041】第 1 発明及び第 2 発明（以下、「本発明」と記す）による注入剤は、注入剤としてのみならず、接着剤、ライニング剤、コーティング剤等として用いられても良い。

【0042】

【作用】本発明による注入剤は、特定の組成の A 剤と特定の組成の B 剤とから構成され、上記 A 剤と B 剤との混合割合が特定の範囲となるように規定されているので、低粘度で適切な可使時間を有して作業性が良く、低温下での硬化性にも優れる。

【0043】又、本発明による注入剤の B 剤は特定量の複素環状ジアミンと特定量のポリアミドアミンとが含有されてなるので、硬化後の注入剤は、各種被着体に対する優れた接着力や優れた機械的強度、可撓性等を発揮する。

【0044】

【発明の実施の形態】本発明をさらに詳しく説明するため以下に実施例を挙げるが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。尚、実施例 1～5 及び比較例 1～5 は春夏秋冬用の注入剤を想定したものであり、実施例 6～10 及び比較例 6～10 は冬用の注入剤を想定したものである。又、実施例中の「部」は「重量部」を意味する。

【0045】〈実施例 1〉

【0046】(1) 注入剤の製造

ビスフェノール型エポキシ樹脂としてビスフェノール A 型エポキシ樹脂（商品名「エビコート 828」、油化シェルエポキシ社製）85 部と反応性希釈剤として 1, 6-ヘキサンジオールジグリシジルエーテル（商品名「SR-16H」、坂本薬品社製）15 部とを万能ミキサーで均一に攪拌混合して、注入剤の A 剤を得た。

【0047】又、複素環状ジアミンとして商品名「エポメート LX-3S」（油化シェルエポキシ社製）15 部とポリアミドアミンとして商品名「ラッカマイド EA-230」（大日本インキ化学工業社製）35 部とを万能ミキサーで均一に攪拌混合して、注入剤の B 剤を得た。

【0048】(2) 評価

上記で得られた注入剤の性能 (①粘度、②可使時間、③圧縮強度、④引張剪断接着強度、⑤シャルピー衝撃強

度)を以下の方法で評価した。その結果は表1に示すとおりであった。尚、評価基準としては、表3に示す首都高速道路公団の「補修用エポキシ樹脂施工基準」に準拠し、表4に示す「エポキシ樹脂品質確認試験規格値」を適用した。

【0049】①粘度：A剤とB剤を2/1(重量比)の混合割合で均一に混合した後、直ちにBH型回転粘度計で粘度を測定し、下記判定基準に従って粘度を評価した。

【判定基準】

◎……3000cps以下

○……3000～5000cps

×……5000cps以上

【0050】②可使時間：A剤とB剤を2/1(重量比)の混合割合で均一に混合した後、時間と共に変化する温度を測定し、時間-温度曲線(硬化発熱曲線)を得た。この曲線において、発熱温度の急激な立ち上がりが始まる迄の時間を求め、その70%の時間を以て可使時間(分)とした。但し、発熱温度の急激な立ち上がりが始まる迄の時間が明確でない場合、最高発熱温度に達する迄の時間の50%を以て可使時間とした。

【0051】③圧縮強度：A剤とB剤を2/1(重量比)の混合割合で均一に混合した後、JIS K-6911「熱硬化性プラスチック一般試験方法」に準拠して試験片を作製し、圧縮強度(kgf/cm²)を測定した。但し、試験片の形状は一辺20±0.5mmの立方体とした。

【0052】④引張剪断接着強度：A剤とB剤を2/1(重量比)の混合割合で均一に混合した後、JIS K-6850「接着剤の引張剪せん断接着強さ試験方法」

に準拠して試験片を作製し、引張り剪断接着強度(kgf/cm²)を測定した。但し、試験片はJIS G-3141に規定されている冷間圧延鋼板(厚み1.6mm、幅25±0.5mm、長さ125±0.5mm)2枚の両端を接着長さ12.5±0.5mmとなるように接着して作製した。

【0053】⑤シャルピー衝撃強度：A剤とB剤を2/1(重量比)の混合割合で均一に混合した後、JIS K-6911に準拠して試験片を作製し、シャルピー衝撃強度(kgf・cm/cm²)を測定した。

【0054】(実施例2～5)及び(比較例1～3) A剤及びB剤を表1に示す配合組成としたこと以外は実施例1と同様にして、注入剤を得た。

【0055】(比較例4) B剤の配合組成を複素環状ジアミン(商品名「エポメートN001」、油化シェルエポキシ社製)50部のみとし、ポリアミドアミンを含有させなかったこと以外は実施例1と同様にして、注入剤を得た。

【0056】(比較例5) B剤の配合組成を芳香族変性アミン(商品名「アンカミンLOS」、ACIジャパン社製)50部のみとし、複素環状ジアミン及びポリアミドアミンを含有させなかったこと以外は実施例1と同様にして、注入剤を得た。

【0057】実施例2～5、及び、比較例1～5で得られた9種類の注入剤の性能(①粘度、②可使時間、③圧縮強度、④引張剪断接着強度、⑤シャルピー衝撃強度)を実施例1の場合と同様にして評価した。その結果は表1に示すとおりであった。

【0058】

【表1】

(配合単位：重量部)

		実 施 例					比 較 例				
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
注 入 剤 の 配 合 組 成	A	エポコート828									
	剤	85	85	85	80	100	60	85	85	85	85
		SR-16H									
		15	15	15	20		40	15	15	15	15
	B	エポメートLX-8S									
	剤	15	20	25	20	20	20	45	5		
評 価 結 果		エポメートN001									
										50	
		ラッカマインドEA-230									
		35	30	25	30	30	30	5	45		
		アンカミンLOS									
											50
評 価 結 果	粘度	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	◎	◎
	可使時間(分)	130	120	100	120	100	140	50	150	160	800
	圧縮強度(kgf/cm ²)	850	800	810	830	920	650	1050	510	800	500
	引張剪断接着強度(kgf/cm ²)	200	200	180	170	180	130	200	180	150	150
	シャルピー 衝撃強度(kgf・cm/cm ²)	4.2	4.5	4.6	4.3	4.4	2.2	4.2	2.7	2.6	2.1

(注) -1 エポコート828：ビスフェノールA型エポキシ樹脂(油化シェルエポキシ社製)

(注) -2 SR-16H：反応性希釈剤(1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、坂本薬品社製)

(注) -3 エポメートLX-8S：複素環状ジアミン(油化シェルエポキシ社製)

(注) -4 エポメートN001：複素環状ジアミン(油化シェルエポキシ社製)

(注) -5 ラッカマインドEA-230：ポリアミドアミン(大日本インキ化学工業社製)

(注) -6 アンカミンLOS：芳香族変性アミン(ACIジャパンリミテッド社製)

【0059】表1から明らかなように、本発明による実施例1～5の注入剤は、粘度が低く、適切な可使時間を有していたので、作業性が良好であった。又、硬化物は圧縮強度、引張剪断接着強度及びシャルピー衝撃強度のいずれにも優れており、優れた物性バランスを発揮した。

【0060】これに対し、A剤中におけるビスフェノール型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との含有比が7/3（重量比）未満であった比較例1の注入剤は、硬化物の圧縮強度、引張剪断強度及びシャルピー衝撃強度のい

ずれも低かった。
【0061】又、B剤中における複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が4/1（重量比）を超えていた比較例2の注入剤は、可使時間が短く、作業性が悪かった。逆にB剤中における複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が1/4（重量比）未満であった比較例3の注入剤は、硬化物の圧縮強度、引張剪断接着強度及びシャルピー衝撃強度のいずれも低かった。

【0062】さらに、B剤中に複素環状ジアミンのみを含有させ、ポリアミドアミンを含有させなかった比較例4の注入剤、及び、B剤中に複素環状ジアミンもポリアミドアミンも含有させず、芳香族変性アミンのみを含有させた比較例5の注入剤は、いずれも硬化物の圧縮強度及びシャルピー衝撃強度が低く、引張剪断接着強度も若干低かった。

【0063】（実施例6）ビスフェノール型エポキシ樹脂として「エピコート828」85部と反応性希釈剤と*

*として「SR-16H」15部とを万能ミキサーで均一に攪拌混合して、注入剤のA剤を得た。又、複素環状ジアミンとして商品名「エポメートLX-3W」（油化シェルエポキシ社製）15部とポリアミドアミンとして商品名「ラッカマイドTD-950」（大日本インキ化学工業社製）35部とを万能ミキサーで均一に攪拌混合して、注入剤のB剤を得た。

【0064】（実施例7～10）及び（比較例6～8）A剤及びB剤を表2に示す配合組成としたこと以外は実施例6と同様にして、注入剤を得た。

【0065】（比較例9）B剤の配合組成をメルカプタン3級アミン（商品名「カプキュアWR6」、油化シェルエポキシ社製）50部のみとし、複素環状ジアミン及びポリアミドアミンを含有させなかったこと以外は実施例6と同様にして、注入剤を得た。

【0066】（比較例10）B剤の配合組成を芳香族変性アミン（商品名「アンカミンLV」、ACIジャパンリミテッド社製）50部のみとし、複素環状ジアミン及びポリアミドアミンを含有させなかったこと以外は実施例6と同様にして、注入剤を得た。

【0067】実施例6～10、及び、比較例6～10で得られた10種類の注入剤の性能（①粘度、②可使時間、③圧縮強度、④引張剪断接着強度、⑤シャルピー衝撃強度）を実施例1の場合と同様にして評価した。その結果は表2に示すとおりであった。

【0068】

【表2】

（配合単位：重量部）

		実 施 例					比 較 例				
		6	7	8	9	10	6	7	8	9	10
注 入 剤 の 配 合 組 成	A										
	剤	エピコート828	85	85	85	80	100	80	85	85	85
		SR-16H	15	15	15	20		40	15	15	15
	B										
	剤	エポメートLX-3W	15	20	25	20	20	20	45	5	
		ラッカマイドTD-950	35	30	25	30	30	30	5	45	
評 価 結 果		アンカミンLV									50
		カプキュアWR6								50	
	粘度	◎	◎	◎	◎	○	○	◎	◎	×	◎
	可使時間（分）	170	150	110	130	110	180	60	200	5	85
	圧縮強度（kgf/cm ² ）	910	940	980	850	1000	830	1100	650	350	640
	引張剪断接着強度（kgf/cm ² ）	180	180	190	170	190	130	190	140	140	140
	シャルピー 衝撃強度（kgf・cm/cm ² ）	7.6	8.7	8.8	7.5	8.8	4.2	8.8	4.1	2.8	3.0

- （注）-1 エピコート828：ビスフェノールA型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製）
 （注）-2 SR-16H：反応性希釈剤（1,6-ヘキサジオールジグリシジルエーテル、坂本薬品社製）
 （注）-3 エポメートLX-3W：複素環状ジアミン（油化シェルエポキシ社製）
 （注）-4 ラッカマイドTD-950：ポリアミドアミン（大日本インキ化学工業社製）
 （注）-5 アンカミンLV：芳香族変性アミン（ACIジャパンリミテッド社製）
 （注）-6 カプキュアWR6：メルカプタン3級アミン（油化シェルエポキシ社製）

【0069】表2から明らかなように、本発明による実施例6～10の注入剤は、粘度が低く、適切な可使時間を有していたので、作業性が良好であった。又、硬化物

は圧縮強度、引張剪断強度及びシャルピー衝撃強度のいずれにも優れており、優れた物性バランスを発揮した。

【0070】これに対し、A剤中におけるビスフェノール

ル型エポキシ樹脂と反応性希釈剤との含有比が7/3（重量比）未満であった比較例6の注入剤は、硬化物の圧縮強度及び引張剪断接着強度が低かった。

【0071】又、B剤中における複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が4/1（重量比）を超えていた比較例7の注入剤は、可使時間が短く、作業性が悪かった。逆にB剤中における複素環状ジアミンとポリアミドアミンとの含有比が1/4（重量比）未満であった比較例8の注入剤は、硬化物の圧縮強度及び引張剪断接着強度が低かった。

【0072】さらに、B剤中に複素環状ジアミンもポリ*

*アミドアミンも含有させず、メルカプタン3級アミンのみを含有させた比較例9の注入剤は、性能（①粘度、②可使時間、③圧縮強度、④引張剪断接着強度、⑤シャルピー衝撃強度）の全てが悪かった。又、B剤中に複素環状ジアミンもポリアミドアミンも含有させず、芳香族変性アミンのみを含有させた比較例10の注入剤は、硬化物の圧縮強度及び引張剪断強度が低く、可使時間及びシャルピー衝撃強度も若干劣っていた。

【0073】

10 【表3】

評価項目	春夏秋冬用		冬用	
	硬化条件	測定温度	硬化条件	測定温度
粘度	—	20℃	—	5℃
可使時間	—	20℃	—	10℃
圧縮強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃
引張剪断接着強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃
衝撃強度	20℃×7日間	20℃	5℃×7日間	5℃

【0074】

20 【表4】

評価項目	春夏秋冬用	冬用
粘度	4000cp以下（20℃）	4000cp以下（5℃）
可使時間	80分以上（20℃）	80分以上（10℃）
圧縮強度	800kgf/cm ² 以上（20℃）	800kgf/cm ² 以上（20℃） 700kgf/cm ² 以上（5℃）
引張剪断接着強度	150kgf/cm ² 以上（20℃）	150kgf/cm ² 以上（20℃） 130kgf/cm ² 以上（5℃）
衝撃強度	3.0kgf/cm ³ 以上（20℃）	3.0kgf/cm ³ 以上（20℃） 2.0kgf/cm ³ 以上（5℃）

【0075】

【発明の効果】以上述べたように、本発明による注入剤は、低粘度で適切な可使時間を有しているので作業性が良好であり、且つ、低温下での硬化性にも優れ、硬化後

30 は各種被着体に対する優れた接着力や優れた機械的強度、可撓性等を発揮するので、土木建築用の注入剤を始め、接着剤、ライニング剤、コーティング剤等として各種用途に好適に用いられる。